

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-112017

(43)Date of publication of application : 28.04.1998

(51)Int.Cl.

G11B 5/66

G23C 14/06

G11B 5/85

(21)Application number : 08-266061

(71)Applicant : FUJI ELECTRIC CO LTD

(22)Date of filing : 07.10.1996

(72)Inventor : ATAKA TOYOMICHI

OKUBO KEIJI

KURATA NOBORU

TAKIZAWA NAOKI

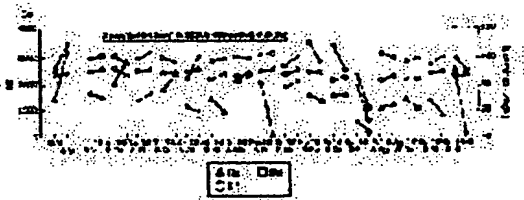
ENOMOTO KAZUO

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To stably mass-produce a medium having high line recording density and small noise by forming an alloy film having an alloy film compsn. of NiAl with addition of one or more elements of W, Ta, Hf, Mo, Cr, Zr and Nb as a nonmagnetic metal base layer.

SOLUTION: The figure shows Hc, B_{rt} and S* of each film having a CoCrPtB (OV) layer structure produced by mounting 6 to 16 chips of elements on a NiAl target. Hc increases by addition of W, Ta, Hf, Mo, Cr, Zr or Nb chips, and especially when a composite target with addition of 8 chips of W, 16 chips of Ta and 8 chips of Hf is used, Hc increases to ≥ 28000 Oe.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

25.12.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3022909

[Date of registration]

14.01.2000

[Number of appeal against examiner's decision]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-112017

(43)公開日 平成10年(1998) 4月28日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

F I

G 1 1 B 5/66

G 1 1 B 5/66

C 2 3 C 14/06

C 2 3 C 14/06

N

G 1 1 B 5/85

G 1 1 B 5/85

Z

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 13 頁)

(21)出願番号 特願平8-266061

(22)出願日 平成 8 年(1996)10月 7 日

(71)出願人 000005234

富士電機株式会社

神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号

(72)発明者 安宅 豊路

神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号

富士電機株式会社内

(72)発明者 大久保 恵司

神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号

富士電機株式会社内

(72)発明者 倉田 昇

神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号

富士電機株式会社内

(74)代理人 弁理士 谷 義一 (外 1 名)

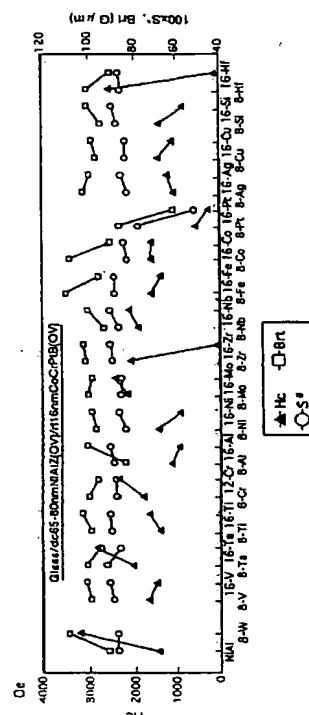
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体およびその製造方法

(57)【要約】

【課題】 磁気記録密度が高く、かつノイズが小さい磁気記録媒体を安定に量産する。

【解決手段】 非磁性基板上に、非磁性金属下地層、磁性層および保護層を順次スパッタ法で積層形成してなる磁気記録媒体であって、磁性金属下地層がNiAlにW, Ta, Hf, Mo, Cr, ZrおよびNbの中から1元素以上を加えた合金膜からなっている。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性基体上に、非磁性金属下地層、磁性層および保護層を順次スパッタ法で積層形成してなる磁気記録媒体において、前記非磁性金属下地層がNiAlにW, Ta, Hf, Mo, Cr, ZrおよびNbの中から1元素以上を加えた合金膜からなることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 前記非磁性金属下地層の合金膜組成が、 $Ni_xAl_{1-x-y}Z_y$ (ただし、 $x=0.05\sim0.3$ 、 $y=0.01\sim0.08$:原子濃度、ZはW, Ta, Hf, Mo, Cr, ZrおよびNbの中から選択された1種以上の元素を示し、それらの元素の原子濃度を全て加えた値をyとする)であることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 前記非磁性基体がガラス基板であることを特徴とする請求項1または2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 前記非磁性基体が表面にCr薄膜またはCr/Al薄膜が形成されたガラス基板であることを特徴とする請求項1または2に記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 非磁性基体上に、請求項1または2に記載の非磁性金属下地層、磁性層および保護層を順次積層形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項6】 前記非磁性金属下地層をdcスパッタ法により、前記磁性層をrfスパッタ法により成膜することを特徴とする請求項3に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項7】 前記非磁性金属下地層のスパッタ形成時に前記基体に負のバイアス電圧を印加することを特徴とする請求項6に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、固定磁気ディスク装置等、磁気記録を利用した記憶装置に用いられる磁気記録媒体およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】図1に代表的な磁気記録媒体の膜構成を表す模式的断面図を示す。ガラスまたはAl等の基板1上に、Ni-PまたはAl等のような第1下地層2が形成された基体11の上に、第2下地層3、単層の磁性層4 (例えばCoCrPtBまたはCoCrPtTa等) およびCを主とする保護層5が形成されており、さらにその上に、液体潤滑剤からなる潤滑層6が形成されている。このような媒体は、例えばガラス材料またはAl合金からなる所要の平行度、平面度および表面粗さに機械加工された非磁性の基板1の表面に無電界めっきのような湿式成膜工程、または真空中におけるスパッタ、蒸着等のようなドライ工程によりNi-PまたはAl膜からなる第1下地層2を形成して非磁性の基体11とする。その後、機械加工、レーザ加工により、所定の平面度および表面粗さに再度加工する。その後、洗浄等により、

基体11の表面を清浄な状態とする。次に真空中にて、 $50\sim300^{\circ}\text{C}$ に加熱し、基体に直流バイアス電圧を約 -200V 印加しながらdcスパッタ法を用い、表面にCrからなる膜厚約 50nm の第2下地層3、Coを主とするCoCrPtTa等のような膜厚約 30nm の磁性層4およびCを主とする膜厚約 10nm の保護層5を形成する。その後、大気中にて保護層5上に潤滑層6としてフロロカーボン系の液体潤滑剤を膜厚 1nm 塗布し、磁気記録媒体が作製される。このように作製された媒体は、強度、寸法精度等の機械特性は実用上支障なく良好であり、磁気特性もHcが約 2000Oe 程度、かつ残留磁束密度と膜厚の積(Brt)が $150\text{G}\mu\text{m}$ 程度と良好である。磁化曲線のHc近傍の傾き(S^*)も、 0.85 程度と良好である。

【0003】この場合の第2下地層3を2分割し、第1層としてNiAl層、第2層としてCr層を用い、磁性層4としてCoCr₁₀Pt₁₈(at.%)を全てrfスパッタ法により形成した場合、 3000Oe 以上の高いHcが得られることが報告されている(Li-Lien Lee, et al: IEEE Trans. Magn., 31, 2728 (1995) 参照)。

【0004】本発明は、これらの報告をさらに改良した技術に関する。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】最近、情報の多量化、多様化が急速に進み、情報の大量処理の必要性から固定磁気ディスク装置の高記録密度化、大容量化が強く望まれている。そのため、磁気記録媒体には、高い線記録密度を有し、ノイズ(N)を小さくし、良好な電磁変換特性を有することが望まれる。低ノイズ化のためには、磁性粒子の粒径が小さく、かつ磁気的な孤立度が高いことが必要であり(M. Takahashi, et al: IEEE Trans. Magn., 31, 2833 (1995) 参照)、高い線記録密度を維持するためにはある程度Hcが高いことが必要である。

【0006】さらに、磁気記録媒体は大量に生産して1個あたりの値段を安くし、かつ良品率(歩留り)を高くする必要がある。そのため、より簡単な製造方法を用いることが望ましい。

【0007】この発明は、これらの点を鑑みてなされたものであって、Hcが高く、粒径が小さく、磁気的な分離度が高く、かつHcが約 4kOe 程度と高い媒体を従来からのプロセスと同様、または若干簡便に作製することを可能とすることを課題とする。結果として線記録密度が高く、かつノイズが小さい媒体を安定に、量産することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明による磁気記録媒体は、非磁性基体上に、非磁性金属下地層、磁性層および保護層を順次スパッタ法で積層形成してなる磁気記録媒体において、前記非磁性金属下地層がNiAlにW, Ta, Hf, Mo, Cr,

ZrおよびNbの中から1元素以上を加えた合金膜からなることを特徴とする。

【0009】ここで、前記非磁性金属下地層の合金膜組成が、 $Ni_xAl_{1-x-y}Z_y$ （ただし、 $x=0.05\sim0.3$ 、 $y=0.01\sim0.08$ ：原子濃度、ZはW、Ta、Hf、Mo、Cr、ZrおよびNbの中から選択された1種以上の元素を示し、それらの元素の原子濃度を全て加えた値をyとする）であるとよい。

【0010】本発明による磁気記録媒体の製造方法は、非磁性基板上に、上述した非磁性金属下地層、磁性層および保護層を順次積層形成することを特徴とする。

【0011】ここで、前記非磁性金属下地層をdcスパッタ法により、前記磁性層をrfスパッタ法により成膜することが望ましい。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明においては、特別の組成を有する単層の非磁性金属下地層を用いる。

【0013】すなわち、本発明の磁気記録媒体は、図1に示した従来例と同様に基体11上に、非磁性金属下地層13、磁性層4、その上に保護層5を順次スパッタまたは蒸着して積層形成された磁気記録媒体において、非磁性金属下地層13がNiAlに、W、Ta、Hf、Mo、Cr、ZrおよびNbの中から1元素以上を加えた合金膜を用いる。さらには、その合金膜の組成を $Ni_xAl_{1-x-y}Z_y$ （ $x=0.05\sim0.3$ 、 $y=0.01\sim0.08$ ：原子濃度）とする。

【0014】基体11はガラス基板であってもよく、ガラス基板の表面にCr薄膜層またはCr/Al薄膜層を形成して基体としてもよい。

【0015】また、このような媒体作製には、非磁性金属下地層の成膜には、dcスパッタ法を用い、磁性層の

成膜にはrfスパッタ法を用いる。基板バイアス印加を施さずとも約4kOe程度のHcを得ることができる。基板バイアスを印加すると、さらに高いHcを得ることができる。

【0016】上記のような構成にすることによって、高い線記録密度を有し、低ノイズを維持し得る媒体を作製することができる。

【0017】また、このような高品質媒体を安定に量産することも可能となる。

【0018】

【実施例】

実施例1

第1の実施例について述べる。所定の平行度、平面度および表面粗さを有するガラスからなる非磁性の基板上に所定の真空中で、ランプヒータにより所定の温度に加熱後dcスパッタ法により非磁性金属下地層を、rfスパッタ法により磁性層を順次成膜する。ここでは、図1に示した従来例における第1下地層は成膜せず、あるいはCr層を第1下地層としてもよい。この際の主な成膜条件を表1に示す。膜構成についての表記は、以下、Glass/dc40nmCr(0V)/(大気暴露)/dc約70nmNiAlZ(-200V)/rf約20nmCoCrPtB(0V)とした場合、ガラス基板上に、dcスパッタ法で基板バイアス0Vにて40nmの厚さのCrを成膜し、一回大気暴露し、その後排気して、dcスパッタ法で基板バイアス電圧-200Vにて約70nmの厚さのNiAlZ膜を成膜し、次にrfスパッタ法で基板バイアス電圧0Vにて約20nmのCoCrPtB膜を成膜した試料ということを表す。

【0019】

【表1】

成膜条件

到達真空度 < 1.5×10^{-4} Pa
成膜前基板温度 = 約150℃
原料ガス : Ar
成膜ガス圧 = 0.65 Pa
基板バイアス = 0 V

基体 : 強化ガラス基板

下地層用ターゲット : $Ni_{50.2}Al$ (at. %) : 直径152 mm

磁性層用ターゲット : $CoCr_{13}Pt_{10}B_7$ (at. %)

NiAlターゲットの上に載せるチップ:

W, Pt, Si, Hf : 直径10 mm

Cu : 10 mm角

V, Ta, Ti, Cr, Al, Nb, Ag : 直径5 mm

Ni, Mo, Zr, Fe, Co : 5 mm × 11 mm × 1 mm

NiAlZ合金堆積速度 = 約2~4 nm/s

Co合金堆積速度 = 約1~2 nm/s

【0020】図2にNiAlターゲット上に各チップを6~16個載せた場合のGlass/dc約70 nm

(実際には65~80 nm) NiAlZ(0V)/rf約16 nm CoCrPtB(0V)のような層構成の膜

について、それぞれHc, BrtおよびS* (グラフ上では $100 \times S^*$)を示す。NiAl下地の場合を最も左端に示すように、Hcは約1500Oe値をとる。HcはW, Ta, Hf, Mo, Cr, ZrまたはNbチップを添加すると増加する。特にW8チップ、Ta16チップまたはHf8チップ添加した複合ターゲットを用いた場合においてHcは2800Oe以上の大きな値を示す。Brt, S*はNiAlターゲットにPt16チップ添加した場合極端に低下するが、その他はチップ構成に大きく依存せず、それぞれ約80~110Gμm, 0.080~0.90である。

【0021】図3にNiAlZ (ZはW, Hf, Mo, Ta)膜組成の複合ターゲット条件 (Zのチップ添加数) 依存性を示す。同図よりWチップを添加することでAlリッチな膜となり、8チップの場合極大を示し、W組成はWチップの添加に伴いやや増加するものの10at.%以下であることがわかる。Hf, Mo, Taの組成はチップ数と共に増加する。表1に示したチップ面積を参照すると、HfおよびTaは同一のチップ面積の場合Wより高組成になり、Moの濃度はWと同程度である。またHfの添加により、Alの濃度に大きな変化はないが、Niの濃度は減少する。MoおよびTaの添加によりAlリッチとなり、Niの濃度は減少する。

【0022】さらに、NiAl膜およびNiAlW膜について基板に印加する電圧が膜組成に与える影響を調べた。結果を図4に示す。NiAl膜の場合はバイアス印加の有無に依らずNiとAlの組成に大きな違いはみられないが、NiAlWの場合はバイアスを印加するとWおよびNiが増えAlが減って、結果的にNiAl+12Wの0バイアスの場合と組成は近くなる。原因としては逆スパッタ等の効果が考えられる。

【0023】実施例2

次に最もHcが大きくなったW添加の場合に着目し、実施例1と同様な成膜条件にてWチップ数を4, 6, 8, 10, 12のように変えて、磁気特性、膜組成および結晶構造の変化を調べた。

【0024】(1) 磁気特性についてのNiAlW下地膜の組成依存性

図5, 図6, 図7にNiAlターゲット上にWチップを4~12個載せた場合のGlass/dc約79nmNiAl(0V)/rf約20nmCoCrPtB(0V)膜について、それぞれHc, BrtおよびS*を示す。Hcは0チップの場合約1700Oeの値をとり、W6~10チップにおいて極大を示し約3400Oeの値をとり、12チップの場合はそれよりやや減少する傾向がある。Brt, S*はチップ構成に大きく依存せず、それぞれ約120Gμm, 0.88である。

【0025】以上の結果から、非磁性体金属下地層の組成の望ましい範囲はNi0.05~0.3at.%, Al0.65~0.96at.%, W0.01~0.08

at.%である。Ta, Hf, Mo, Cr, ZrおよびNbの望ましい組成範囲はWと同様である。

【0026】図8に回転ヒステリシス損失 (トルク解析) より求めたHpとHkG.の比 (Hp/HkG.) について、NiAlW組成依存性を示す。ここでHpはレマネンスコーシビティ (不可逆な磁化反転によって定まる抗磁力) であり、回転ヒステリシス損失のピークの磁界によって定まる量である。HkG.は回転ヒステリシス損失が消失する磁界であり、結晶粒内の異方性磁界にほぼ一致する。HkG.は結晶粒の配向および粒内の磁化反転機構に依存しない。W0チップからWチップ数が増加するに従ってHp/HkG.が増加し、W8チップにおいて極大値0.45をとり、それからさらにWチップを増加させるとHp/HkG.が減少する。W8チップの場合においてHp/HkG.が高くなっており、このことは結晶粒間の磁気的な結合が弱いこと、すなわち磁気的な孤立度が高いことを示す。

【0027】(2) 結晶構造解析との関連

図9にW8チップの場合の $\theta-2\theta$ 法によるX線回折パターンを示す。同図では、NiAl(110)およびCoCrPtB(100)面が膜面と平行に配向している。このNiAl(110)およびCoCrPtB(100)面の面間隔、dNiAl(110), dCoCrPtB(100)およびNi(110)とCoCrPtB(100)のX線回折ピークの半値幅FWHM-NiAl(110), FWHM-CoCrPtB(100)のWチップ数依存性を図9に示す。dNiAl(110)は0チップの場合約2.046Åの値をとり、Wチップを加えていくと単調に増加し、8チップでは2.071Å、さらに12チップでは2.081Åの値をとる。dCoCrPtB(100)は、0チップから12チップに変化するに従いほとんど変化しなかった。次にNiAl(110)半値幅は、0チップではピーク強度が低いこととCoCrPtB(002)の重畳等から正確に測定されないが、4から12チップへとチップ数が増えるに従って単調に減少し0.762degから0.711degの値をとる。つまりNiAlの粒径がやや大きくなっている、または格子歪みが小さくなっていると考えられる。一方、CoCrPtB(100)の半値幅は0チップの場合0.756degの値をとり、8チップに増えると大きく減少し0.621degの値をとり、12チップに増えるとやや増加し0.647degの値をとる。8チップの場合において、CoCrPtBの粒径が最も大きい、または格子歪みが小さくなっていると考えられる。

【0028】図10におけるdNiAl(110)およびFWHM-CoCrPtB(100)値を横軸に用いて、Hcの値を、それぞれ図11, 図12に示す。図13に示すようにHcはdNiAl(110)の増加に伴い増加する傾向がある。図12に示すようにFWHM-

CoCrPtB (100) が減少するとHcが増加する傾向がある。つまり、dNiAl (110) がW添加により増加し、CoCrPtB層の結晶性が良くなり(結晶粒径が大きく、または格子歪みが小さくなり)、Hcが増加したと考えられる。

【0029】次にCoCrPtB膜の粒径について述べる。図13にGlass/dc50nmNiAl8W (0V)/dc15nmCoCrPtB (0V)の透過電顕(TEM)像(倍率30万倍)を示すようにCoCrPtB粒子径は約100Åであった。Cr下地の場合との比較のために、成膜条件および磁性材料等が異なるが、図14にGlass/Cr/CoCrPtTaの場合の同じ倍率のTEM像を示す。Glass/Cr/CoCrPtTaの磁気特性はHc=2300Oe、Br_t=100Gμmであり、従来の磁性材料を用いた場合では、粒径は先のNiAlW下地膜の場合の倍以上であった。なお、TEM観察からはW0チップとW8チップの場合とでは大きな差異はみられなかった。

【0030】実施例3

・基板バイアス効果

実施例2における、下地層成膜時の基板バイアス依存性について、述べる。主な成膜条件は実施例1および2と同様であるが、基板にはガラスを用い40nmCrを予め成膜し、一回大気に曝し、排気後、NiAl膜、CoCrPtB膜の成膜を行った。

【0031】図15、図16および図17にNiAlターゲット上にWチップを0、8個載せた場合のGlass/40nmCr/(大気暴露)/dc約79nmNiAlZ (XV)/rf約16nmCoCrPtB (0V)膜について、それぞれHc、Br_tおよびS*の下地層成膜時の基板バイアス電圧依存性を示す。Hcはいずれの場合も、下地層成膜時の基板バイアス電圧の増加に伴い、単調に増加する。特に0チップの場合がW8チップの場合と比較して増加の割合が大きい、W8チップの場合を上回ることはない。

【0032】Br_tはW0チップの場合は下地層成膜時の基板バイアス印加電圧の減少に伴いやや減少する傾向があるが、W8チップの場合は基板バイアス印加電圧を変化させても大きな変化はみられなかった。S*はほぼ0.8から0.85の値をとる。

【0033】図18に、下地層成膜時の基板バイアス電圧を印加した試料および印加しない試料について、実施例2の場合と同様にθ-2θ法によるX線回折パターンから得られたdNiAl (110)を横軸にとり、縦軸にHc、HpおよびHkG値を示す。図18において、データ群A₁、およびA₂はそれぞれ図15~図17のGlass/Cr/dc79NiAl (XV)/rf16CoCrPtB (0V)における基板バイアス電圧0Vおよび-200Vの場合である。一方、データ群B₁およびB₂はそれぞれGlass/Cr/dc79NiAl8W

(XV)/rf16CoCrPtB (0V)の基板バイアス電圧0Vおよび-200Vの場合である。データ群A₃およびB₃は基体としてCrを成膜しないガラス基板を用い、基板バイアス電圧0Vの場合、すなわちそれぞれGlass/dc79NiAl (0V)/rf16CoCrPtB (0V)およびGlass/dc79NiAl8W (0V)/rf16CoCrPtB (0V)の場合である。さらに、データCはGlass/dc79NiAl12W (0V)/rf16CoCrPtB (0V)のHcを示す。

【0034】W0チップの場合とW8チップの場合ではガラス基板にCr薄膜を形成するといずれの場合もdNiAl (110)は低下し、それは下地Crの(110)面間隔、dCr (110)=2.033Å<dNiAl (110)の影響を受けたためと考えられる。その時Hcはいずれも増加しており、それはdNiAl (110)の変化とCr薄膜形成によるNiAl膜の成膜時およびCoCrPtB膜の成膜時の基板温度保温効果によると考えられる。基板加熱時間を長くした場合、Hcが増加することと同様と考える。次に、NiAlまたはNiAlW膜組成を一定とし基板バイアス電圧を印加すると、NiAlおよびNiAlW (G1./NiAl12W (0V)、G1./Cr/NiAl8W (-200V))では同様Hcは増加するが、dNiAl (110)は前者では減少し、後者では増加する。G1./NiAl12W (0V)のdNiAl (110)は2.081Å、G1./Cr/NiAl8W (-200V)のdNiAl (110)は2.068Åであり、その差が0.013Åである。一方、NiAlの場合はその差は0.014Åであり、NiAlW膜の場合と近い値である。上層のCoCrPtB層との格子マッチングは、放射光を用いた平面内の磁性粒子の構造解析の結果、dCoCrPtB (002)は2.07366Åであり、一方dNiAl (110)は2.0362Å(ミスフィット1.8%)、dNiAl (110)は2.05182Å(ミスフィット1.1%)であり僅かに、NiAlWの方が優れる。しかし、基板バイアス電圧の印加またはCr膜形成の結果と必ずしも一致しておらず、Cr膜形成または基板バイアス印加は成膜雰囲気中の不純なガスを吸着するゲッター作用や、ガラス基板からの放出ガスを抑制する効果、下地層Ni, Al, W等逆スパッタの効果によりCoCrPtB膜中の磁気的な孤立度を上げることが原因と考えられる。同図より、下地膜としてNiAl膜を用いる場合とNiAlW膜を用いる場合とでは、基板バイアス印加による下地膜の格子歪みがまったく逆に生ずるにもかかわらず、すなわち、NiAl膜の場合はNiAl (110)の面間隔が減少し、NiAlW膜の場合には面間隔が増加するにもかかわらず、Hc等の磁気特性は同様に変化している。従って、W添加の効果は従来のNiAl膜の場合のHc導出とは異なるメ

カニズムに起因するものと考えられる。その原因としてはNiAl2元素に比較して、Wが添加された3元素系の場合ではCoCrPtB膜を成膜する際のNiAlW下地膜中のWの表面拡散、Wの脱ガス効果（Getter作用）も付随すること等が考えられるが、決定的な要因は今のところ不明である。なお、図10、図11に示した結果と図18の結果を比較すると、NiAlW下地膜形成時のバイアス電圧の印加は、Wの量を増加させるのと同様の効果をもたらすことがわかる。

【0035】NiAlWはNiAlよりCoCrPtBとの格子マッチングに優れると考えられるので、この点

を確かめるために以下の実験を行った。表2に示すように、NiAlW下地膜およびNiAl下地膜の形成条件を変えて磁気記録媒体を作製し、そのHcおよびCoCrPtBの(002)ピークの半値幅、FWHM-CoCrPtB(002)を測定した。表2中にはCr膜の有無、基板バイアス電圧以下の有無、以外に、参考として下地膜の厚さを変えた場合および磁性膜の形成に通常のrfスパッタ法でなくdcスパッタ法を採用した例も示してある。

【0036】

【表2】

試料番号	基体	NiAl(W) 膜の厚さnm	Wチップ個数	基板バイアス電圧(V)	磁性膜スパッタ方式	Hc(Oe)	FWHM-CoCrPtB(002) (度)
1	Gl./40nmCr	79	8	-200	rf	4311	2.0726
2	Gl./40nmCr	79	8	0	rf	3924	2.0726
3	Gl./40nmCr	35	8	0	rf	2508	2.0697
4	Gl.	79	8	0	rf	3196	2.0741
5	Gl.	35	8	0	rf	1664	2.0741
6	Gl./40nmCr	79	8	-200	dc	4119	2.077
7	Gl./40nmCr	79	8	0	dc	3700	2.08
8	Gl./40nmCr	79	0	-200	rf	4172	2.0712
9	Gl./40nmCr	79	0	0	rf	1943	2.0756
10	Gl./40nmCr	35	0	0	rf	1625	2.0712
11	Gl.	79	0	0	rf	1421	2.0741
12	Gl.	35	0	0	rf	1524	2.0814
13	Gl./40nmCr	79	0	-200	dc	3652	2.077
14	Gl./40nmCr	79	0	0	dc	1973	2.0785

【0037】図19は表2の結果を横軸にFWHM-CoCrPtB(002)を、縦軸にHcをとってグラフ化したものである。図19において、NiAlW下地膜は黒丸で、NiAl下地膜は白丸で示してあるが、全体の傾向として、FWHM-CoCrPtB(002)の減少と共にHcが増加している。そして、NiAlW下地膜はNiAl下地膜に比較してFWHM-CoCrPtB(002)が小さく、Hcが大きい。Cr膜の形成は、代表的なものを点線の矢印で示すように、Hcを増加させ、NiAl下地膜の場合はHcの増加と共にFWHM-CoCrPtB(002)を減少させる。バイアス電圧の印加は、代表的な例を実線の矢印で示すようにHcを増加させ、FWHM-CoCrPtB(002)を減少させる。これらのことから、NiAlW下地膜はNiAl下地膜よりCoCrPtB磁性膜との格子マッチングに優れており、さらに基板バイアス電圧の印加は前述したGetter作用および下地膜の逆スパッタを促進しているため、CoCrPtB膜の結晶性が良くなった

(粒径が若干増加し、格子歪みが減少した)ことが考えられ、Hcの増加と良く一致する。

【0038】さらに、下地膜の厚さについて言えば、試料番号2と3、4と5、9と10、11と12の比較から明らかなように、35nmでは薄過ぎる。また、磁性膜形成のためのスパッタ方式は、試料番号1と6、2と8、8と13、9と14の比較から、rfスパッタが優れているといえることができる。

【0039】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、高い線記録密度を有し、低ノイズを維持しうる媒体を作製することができた。

【0040】またこのような高品質媒体を安定に量産することも可能となった。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来の磁気記録媒体の構成を示す模式的な断面図である。

【図2】NiAlX複合ターゲットを用いた場合の媒体

の磁気特性を示す図である。

【図3】NiAlX膜の組成の複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図4】NiAl下地膜およびNiAlW下地膜の組成の基板バイアス電圧依存性を示す図である。

【図5】HcのNiAlW複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図6】BrtのNiAlW複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図7】S*のNiAlW複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図8】Hp/HkG.のNiAlW複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図9】G1./NiAlW/CoCrPtB膜のX線回折パターンを示す図である。

【図10】X線回折測定結果の複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図11】HcのdNiAl(110)依存性を示す図である。

【図12】HcのFWHM-CoCrPtB(100)依存性を示す図である。

【図13】Glass/dc50nmNiAl(0V)/rf15nmCoCrPtB(0V)膜の透過電子顕微鏡写真である。

【図14】Glass/Cr/dcCr(-200V)/dcCoCrPtTa(-200V)膜の透過電子顕微鏡写真である。

【図15】NiAlWおよびNiAl膜のHcの下地層成膜時の基板バイアス依存性を示す図である。

【図16】NiAlWおよびNiAl膜のBrtの下地層成膜時の基板バイアス依存性を示す図である。

【図17】NiAlWおよびNiAlのS*の下地層成膜時の基板バイアス依存性を示す図である。

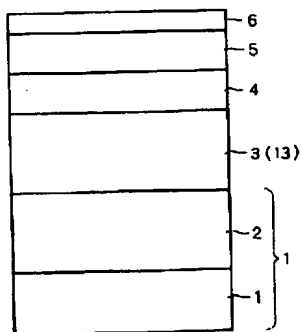
【図18】下地層成膜時の基板バイアス印加の有る場合および無い場合のHcのdNiAl(110)依存性を示す図である。

【図19】FWHM-CoCrPtB(002)とHcとの関係を示す図である。

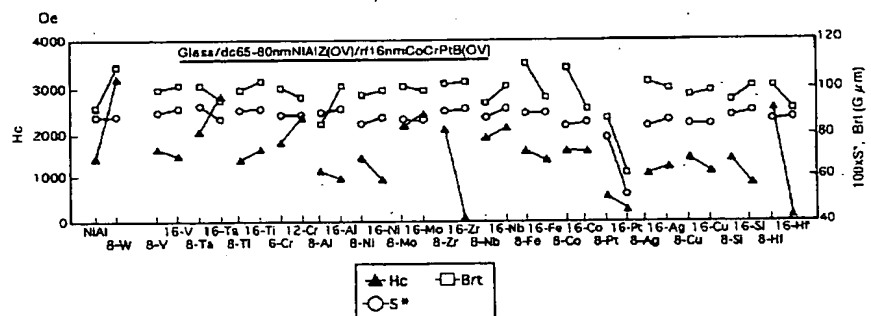
【符号の説明】

- 1 基板
- 2 第1下地層
- 3 第2下地層
- 4 磁性層
- 5 保護層
- 6 潤滑層
- 11 基本
- 13 非磁性金属下地層

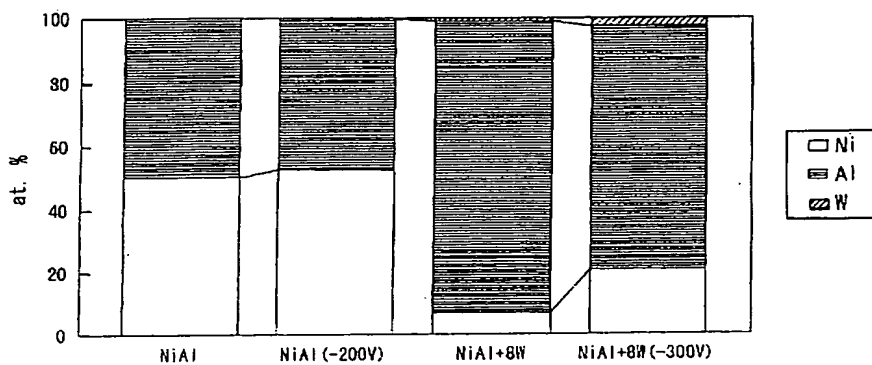
【図1】



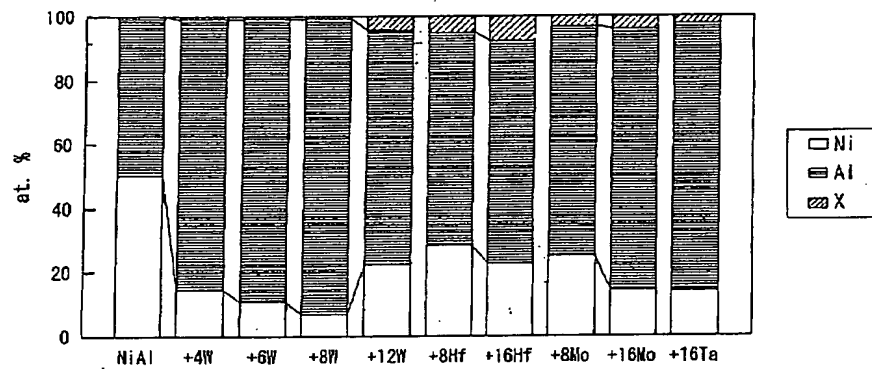
【図2】



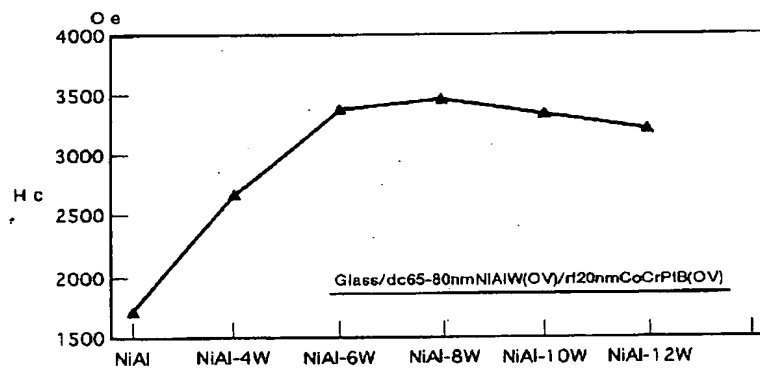
【図4】



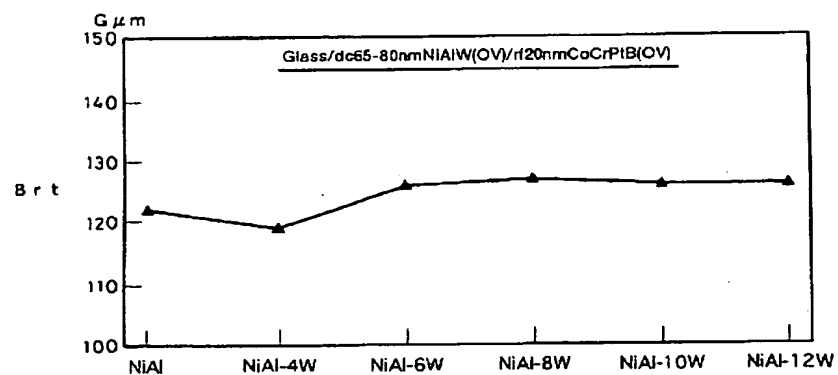
【図3】



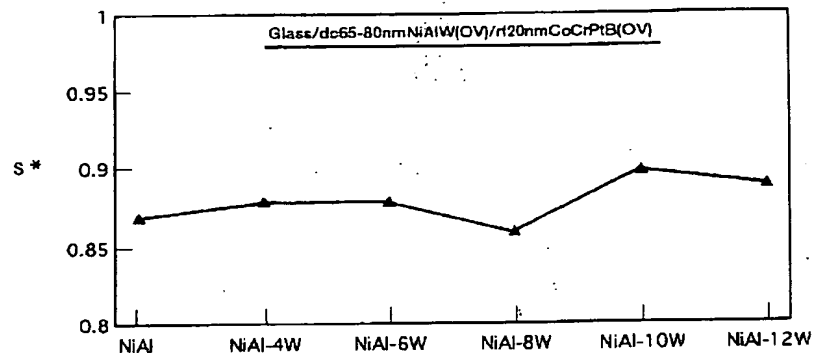
【図5】



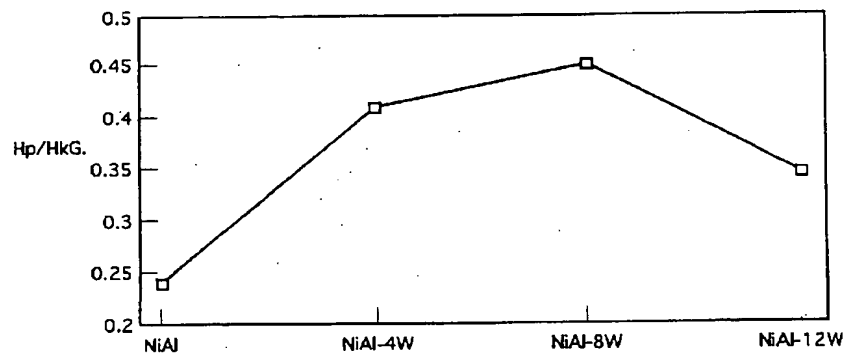
【図6】



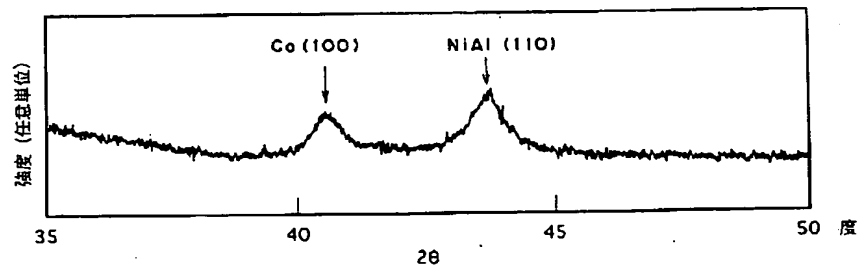
【図7】



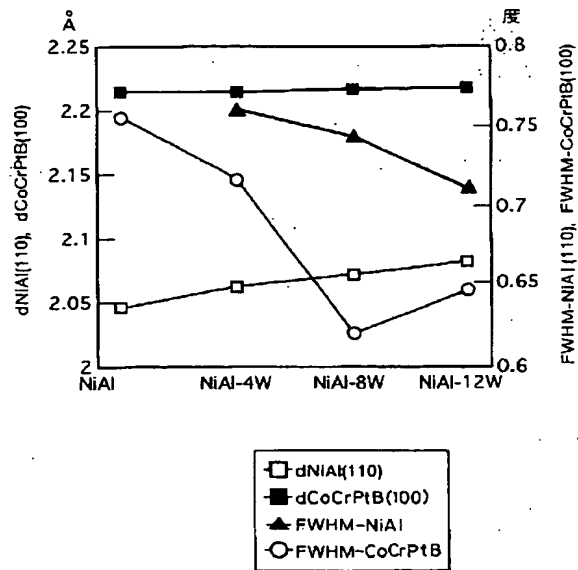
【図8】



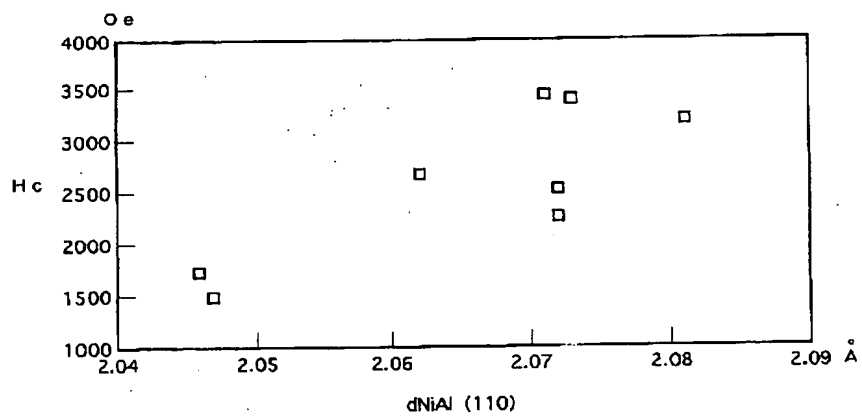
【図9】



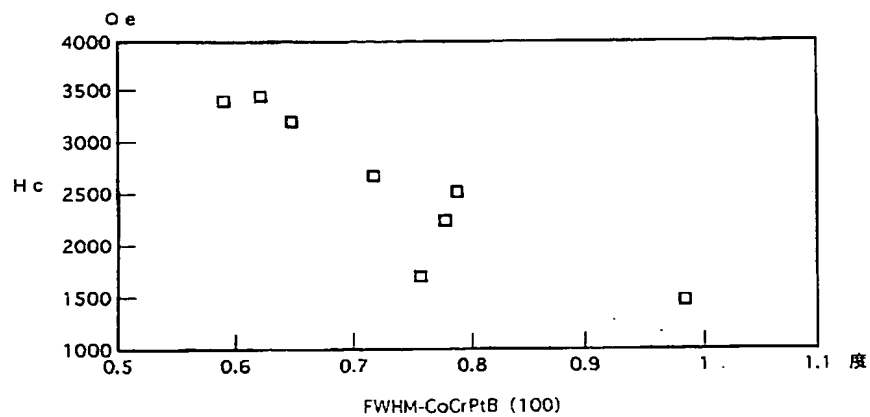
【図10】



【図11】



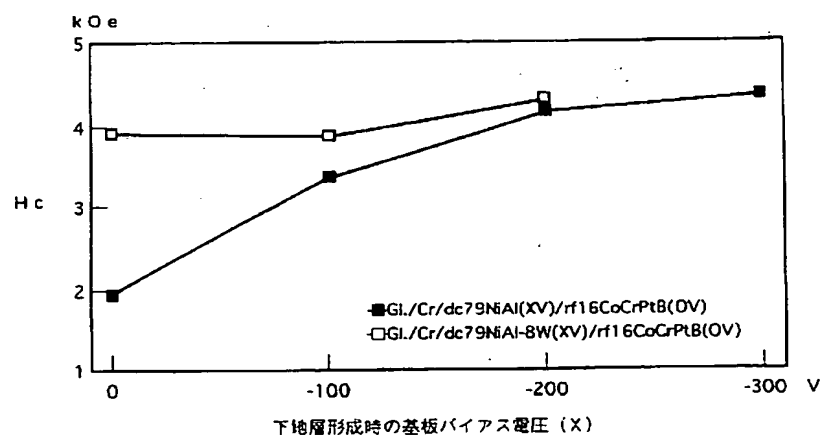
【図12】



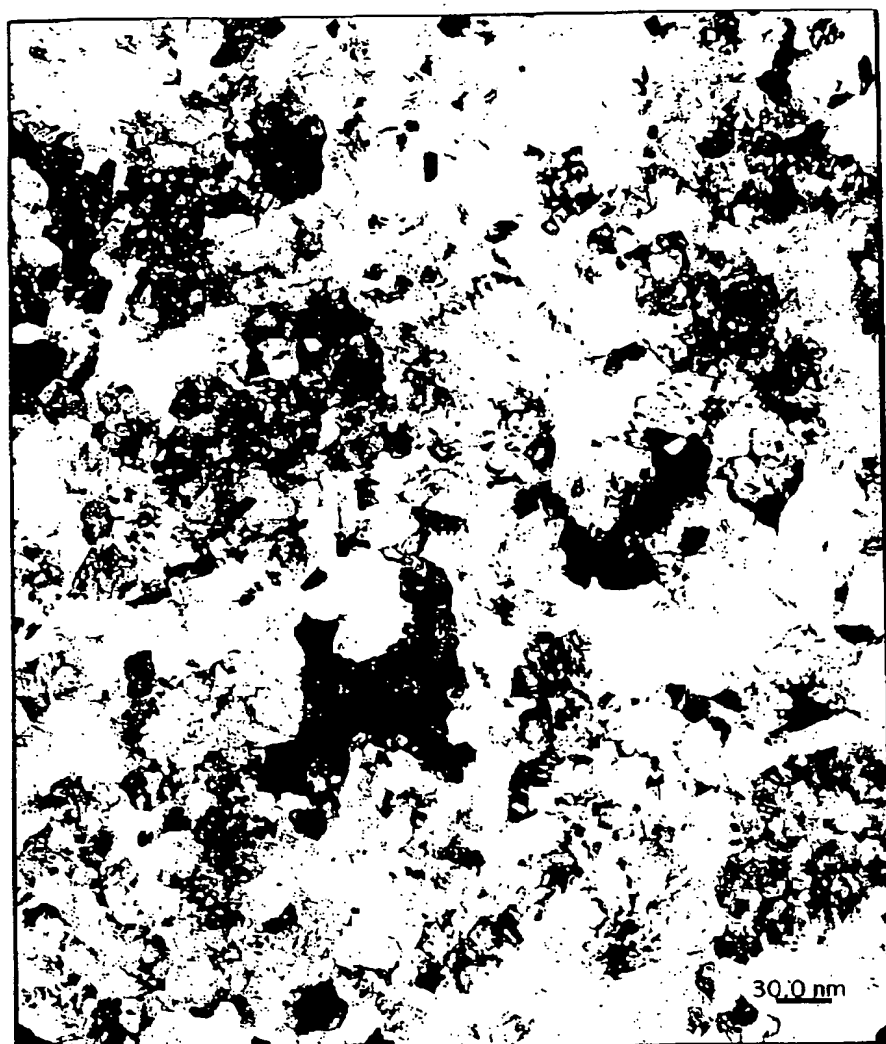
【図13】



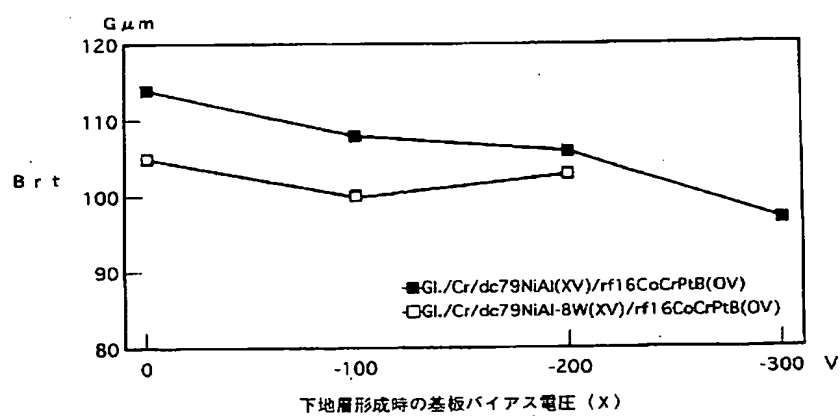
【図15】



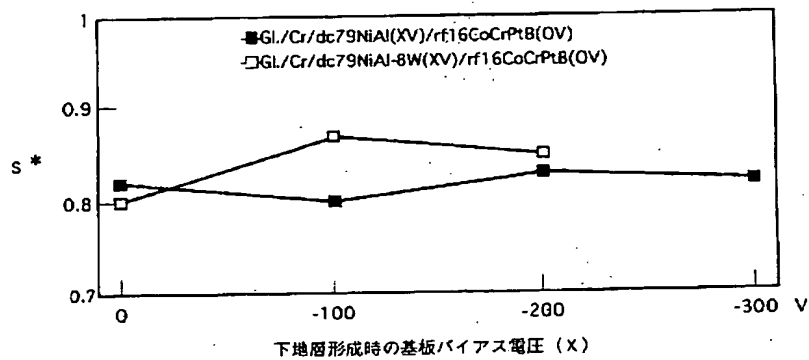
【図14】



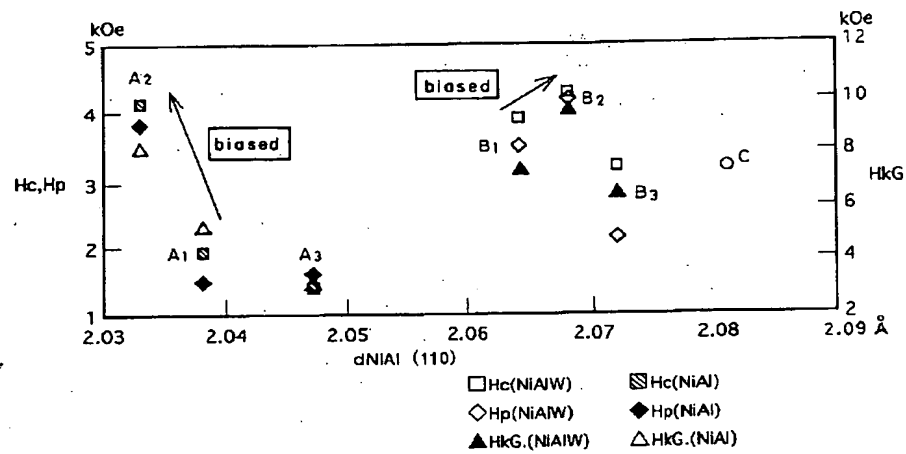
【図16】



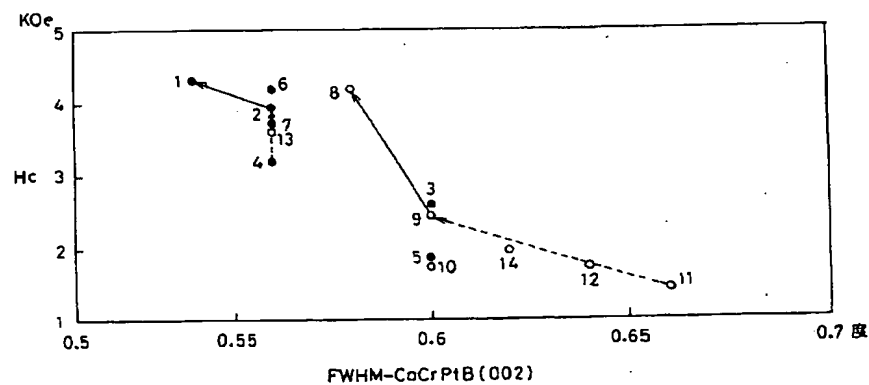
【図17】



【図18】



【図19】



フロントページの続き

(72)発明者 滝澤 直樹
神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号
富士電機株式会社内

(72)発明者 榎本 一雄
神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号
富士電機株式会社内

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **10112017 A**

(43) Date of publication of application: **28.04.98**

(51) Int. Cl.

G11B 5/66
C23C 14/06
G11B 5/85

(21) Application number: **08266061**

(22) Date of filing: **07.10.96**

(71) Applicant: **FUJI ELECTRIC CO LTD**

(72) Inventor:
ATAKA TOYOMICHI
OKUBO KEIJI
KURATA NOBORU
TAKIZAWA NAOKI
ENOMOTO KAZUO

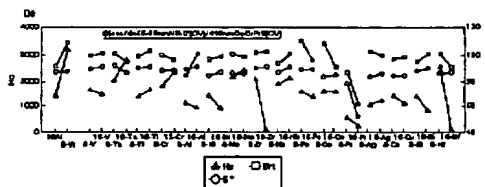
(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS PRODUCTION

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To stably mass-produce a medium having high line recording density and small noise by forming an alloy film having an alloy film compsn. of NiAl with addition of one or more elements of W, Ta, Hf, Mo, Cr, Zr and Nb as a nonmagnetic metal base layer.

SOLUTION: The figure shows Hc, B_{rt} and S* of each film having a CoCrPtB (OV) layer structure produced by mounting 6 to 16 chips of elements on a NiAl target. Hc increases by addition of W, Ta, Hf, Mo, Cr, Zr or Nb chips, and especially when a composite target with addition of 8 chips of W, 16 chips of Ta and 8 chips of Hf is used, Hc increases to ³2800Oe.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-112017

(43) 公開日 平成10年(1998) 4月28日

(51) Int.Cl.⁹

識別記号

F I

G 1 1 B 5/66

G 1 1 B 5/66

C 2 3 C 14/06

C 2 3 C 14/06

N

G 1 1 B 5/85

G 1 1 B 5/85

Z

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号

特願平8-266061

(22) 出願日

平成8年(1996)10月7日

(71) 出願人 000005234

富士電機株式会社

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

(72) 発明者 安宅 豊路

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

(72) 発明者 大久保 恵司

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

(72) 発明者 倉田 昇

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

(74) 代理人 弁理士 谷 義一 (外1名)

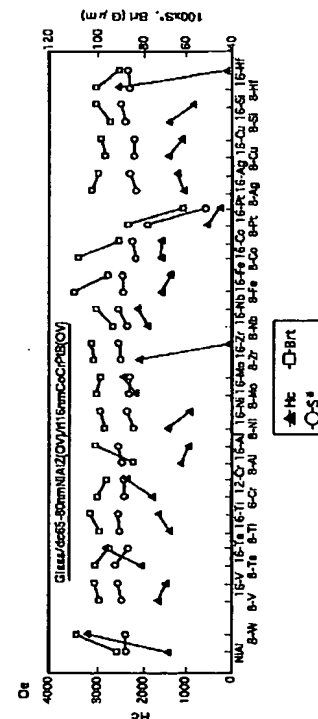
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 磁気記録密度が高く、かつノイズが小さい磁気記録媒体を安定に量産する。

【解決手段】 非磁性基板上に、非磁性金属下地層、磁性層および保護層を順次スパッタ法で積層形成してなる磁気記録媒体であって、磁性金属下地層がNiAlにW, Ta, Hf, Mo, Cr, ZrおよびNbの中から1元素以上を加えた合金膜からなっている。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性基体上に、非磁性金属下地層、磁性層および保護層を順次スパッタ法で積層形成してなる磁気記録媒体において、前記非磁性金属下地層がNiAlにW, Ta, Hf, Mo, Cr, ZrおよびNbの中から1元素以上を加えた合金膜からなることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 前記非磁性金属下地層の合金膜組成が、 $Ni_xAl_{1-x}Z_y$ （ただし、 $x=0.05\sim0.3$ 、 $y=0.01\sim0.08$ ：原子濃度、ZはW, Ta, Hf, Mo, Cr, ZrおよびNbの中から選択された1種以上の元素を示し、それらの元素の原子濃度を全て加えた値をyとする）であることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 前記非磁性基体がガラス基板であることを特徴とする請求項1または2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 前記非磁性基体が表面にCr薄膜またはCr/Al薄膜が形成されたガラス基板であることを特徴とする請求項1または2に記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 非磁性基体上に、請求項1または2に記載の非磁性金属下地層、磁性層および保護層を順次積層形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項6】 前記非磁性金属下地層をdcスパッタ法により、前記磁性層をrfスパッタ法により成膜することを特徴とする請求項3に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項7】 前記非磁性金属下地層のスパッタ形成時に前記基体に負のバイアス電圧を印加することを特徴とする請求項6に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、固定磁気ディスク装置等、磁気記録を利用した記憶装置に用いられる磁気記録媒体およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】図1に代表的な磁気記録媒体の膜構成を表す模式的断面図を示す。ガラスまたはAl等の基板1上に、Ni-PまたはAl等のような第1下地層2が形成された基体11の上に、第2下地層3、単層の磁性層4（例えばCoCrPtBまたはCoCrPtTa等）およびCを主とする保護層5が形成されており、さらにその上に、液体潤滑剤からなる潤滑層6が形成されている。このような媒体は、例えばガラス材料またはAl合金からなる所要の平行度、平面度および表面粗さに機械加工された非磁性の基板1の表面に無電界めっきのような湿式成膜工程、または真空中におけるスパッタ、蒸着等のようなドライ工程によりNi-PまたはAl膜からなる第1下地層2を形成して非磁性の基体11とする。この後、機械加工、レーザ加工により、所定の平面度および表面粗さに再度加工する。その後、洗浄等により、

基体11の表面を清浄な状態とする。次に真空中にて、 $50\sim300^{\circ}\text{C}$ に加熱し、基体に直流バイアス電圧を約 -200V 印加しながらdcスパッタ法を用い、表面にCrからなる膜厚約 50nm の第2下地層3、Coを主とするCoCrPtTa等のような膜厚約 30nm の磁性層4およびCを主とする膜厚約 10nm の保護層5を形成する。その後、大気中にて保護層5上に潤滑層6としてフロロカーボン系の液体潤滑剤を膜厚 1nm 塗布し、磁気記録媒体が作製される。このように作製された媒体は、強度、寸法精度等の機械特性は実用上支障なく良好であり、磁気特性もHcが約 2000Oe 程度、かつ残留磁束密度と膜厚の積(Brt)が $150\text{G}\mu\text{m}$ 程度と良好である。磁化曲線のHc近傍の傾き(S')も、 0.85 程度と良好である。

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

10

【0003】この場合の第2下地層3を2分割し、第1層としてNiAl層、第2層としてCr層を用い、磁性層4としてCoCrPt₁₀ (at. %)を全てrfスパッタ法により形成した場合、 3000Oe 以上の高いHcが得られることが報告されている (Li-Lien Lee, et al : IEEE Trans. Magn., 31, 2728 (1995) 参照)。

【0004】本発明は、これらの報告をさらに改良した技術に関する。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】最近、情報の多量化、多様化が急速に進み、情報の大量処理の必要性から固定磁気ディスク装置の高記録密度化、大容量化が強く望まれている。そのため、磁気記録媒体には、高い線記録密度を有し、ノイズ(N)を小さくし、良好な電磁変換特性を有することが望まれる。低ノイズ化のためには、磁性粒子の粒径が小さく、かつ磁気的な孤立度が高いことが必要であり (M. Takahashi, et al : IEEE Trans. Magn., 31, 2833 (1995) 参照)、高い線記録密度を維持するためにはある程度Hcが高いことが必要である。

【0006】さらに、磁気記録媒体は大量に生産して1個あたりの値段を安くし、かつ良品率(歩留り)を高くする必要がある。そのためには、より簡単な製造方法を用いることが望ましい。

【0007】この発明は、これらの点を鑑みてなされたものであって、Hcが高く、粒径が小さく、磁気的な分離度が高く、かつHcが約 4kOe 程度と高い媒体を従来からのプロセスと同様、または若干簡便に作製することを可能とすることを課題とする。結果として線記録密度が高く、かつノイズが小さい媒体を安定に、量産することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明による磁気記録媒体は、非磁性基体上に、非磁性金属下地層、磁性層および保護層を順次スパッタ法で積層形成してなる磁気記録媒体において、前記非磁性金属下地層がNiAlにW, Ta, Hf, Mo, Cr,

ZrおよびNbの中から1元素以上を加えた合金膜からなることを特徴とする。

【0009】ここで、前記非磁性金属下地層の合金膜組成が、 $Ni_xAl_{1-x}Z$ 、(ただし、 $x=0.05\sim0.3$ 、 $y=0.01\sim0.08$:原子濃度、ZはW, Ta, Hf, Mo, Cr, ZrおよびNbの中から選択された1種以上の元素を示し、それらの元素の原子濃度を全て加えた値をyとする)であるといふ。

【0010】本発明による磁気記録媒体の製造方法は、非磁性基板上に、上述した非磁性金属下地層、磁性層および保護層を順次積層形成することを特徴とする。

【0011】ここで、前記非磁性金属下地層をdcスパッタ法により、前記磁性層をrfスパッタ法により成膜することが望ましい。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明においては、特別の組成を有する単層の非磁性金属下地層を用いる。

【0013】すなわち、本発明の磁気記録媒体は、図1に示した従来例と同様に基体11上に、非磁性金属下地層13、磁性層4、その上に保護層5を順次スパッタまたは蒸着して積層形成された磁気記録媒体において、非磁性金属下地層13がNiAlに、W, Ta, Hf, Mo, Cr, ZrおよびNbの中から1元素以上を加えた合金膜を用いる。さらには、その合金膜の組成を $Ni_xAl_{1-x}Z$ 、($x=0.05\sim0.3$ 、 $y=0.01\sim0.08$:原子濃度)とする。

【0014】基体11はガラス基板であってもよく、ガラス基板の表面にCr薄膜層またはCr/Al薄膜層を形成して基体としてもよい。

【0015】また、このような媒体作製には、非磁性金属下地層の成膜には、dcスパッタ法を用い、磁性層の

成膜条件

到達真空度 $<1.5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$
成膜前基板温度 = 約150℃
原料ガス : Ar
成膜ガス圧 = 0.65 Pa
基板バイアス = 0 V

基体 : 強化ガラス基板

下地層用ターゲット: $Ni_{50.5}Al$ (at. %) : 直径152mm

磁性層用ターゲット: $CoCr_{15}Pt_{10}B_5$ (at. %)

NiAlターゲットの上に載せるチップ:

W, Pt, Si, Hf : 直径10mm

Cu : 10mm角

V, Ta, Ti, Cr, Al, Nb, Ag : 直径5mm

Ni, Mo, Zr, Fe, Co : 5mm×11mm×1mm

NiAlZ合金堆積速度 = 約2~4 nm/s

Co合金堆積速度 = 約1~2 nm/s

* 成膜にはrfスパッタ法を用いる。基板バイアス印加を施さずとも約4kOe程度のHcを得ることができる。基板バイアスを印加すると、さらに高いHcを得ることができる。

【0016】上記のような構成にすることによって、高い線記録密度を有し、低ノイズを維持し得る媒体を作製することができる。

【0017】また、このような高品質媒体を安定に量産することも可能となる。

【0018】

【実施例】

実施例1

第1の実施例について述べる。所定の平行度、平面度および表面粗さを有するガラスからなる非磁性の基板上に所定の真空中で、ランプヒータにより所定の温度に加熱後dcスパッタ法により非磁性金属下地層を、rfスパッタ法により磁性層を順次成膜する。ここでは、図1に示した従来例における第1下地層は成膜せず、あるいはCr層を第1下地層としてもよい。この際の主な成膜条件を表1に示す。膜構成についての表記は、以下、Glass/dc40nmCr(0V)/(大気暴露)/dc約70nmNiAlZ(-200V)/rf約20nmCoCrPtB(0V)とした場合、ガラス基板上に、dcスパッタ法で基板バイアス0Vにて40nmの厚さのCrを成膜し、一回大気暴露し、その後排気して、dcスパッタ法で基板バイアス電圧-200Vにて約70nmの厚さのNiAlZ膜を成膜し、次にrfスパッタ法で基板バイアス電圧0Vにて約20nmのCoCrPtB膜を成膜した試料ということを表す。

【0019】

【表1】

【0020】図2にNiAlターゲット上に各チップを

6~16個載せた場合のGlass/dc約70nm

※ (実際には65~80nm) NiAlZ(0V)/rf

※50 約16nmCoCrPtB(0V)のような層構成の膜

について、それぞれ H_c 、 Brt および S^* （グラフ上では $100 \times S^*$ ）を示す。 $NiAl$ 下地の場合を最も左端に示すように、 H_c は約 $1500 Oe$ 値をとる。 H_c は W 、 Ta 、 Hf 、 Mo 、 Cr 、 Zr または Nb チップを添加すると増加する。特に $W8$ チップ、 $Ta16$ チップまたは $Hf8$ チップ添加した複合ターゲットを用いた場合において H_c は $2800 Oe$ 以上の大きな値を示す。 Brt 、 S^* は $NiAl$ ターゲットに $Pt16$ チップ添加した場合極端に低下するが、その他はチップ構成に大きく依存せず、それぞれ約 $80 \sim 110 G\mu m$ 、 $0.080 \sim 0.90$ である。

【0021】図3に $NiAlZ$ （ Z は W 、 Hf 、 Mo 、 Ta ）膜組成の複合ターゲット条件（ Z のチップ添加数）依存性を示す。同図より W チップを添加することで Al リッチな膜となり、8チップの場合極大を示し、 W 組成は W チップの添加に伴いやや増加するものの $10 at. \%$ 以下であることがわかる。 Hf 、 Mo 、 Ta の組成はチップ数と共に増加する。表1に示したチップ面積を参照すると、 Hf および Ta は同一のチップ面積の場合 W より高組成になり、 Mo の濃度は W と同程度である。また Hf の添加により、 Al の濃度に大きな変化はないが、 Ni の濃度は減少する。 Mo および Ta の添加により Al リッチとなり、 Ni の濃度は減少する。

【0022】さらに、 $NiAl$ 膜および $NiAlW$ 膜について基板に印加する電圧が膜組成に与える影響を調べた。結果を図4に示す。 $NiAl$ 膜の場合はバイアス印加の有無に依らず Ni と Al の組成に大きな違いはみられないが、 $NiAlW$ の場合はバイアスを印加すると W および Ni が増え Al が減って、結果的に $NiAl+12W$ の0バイアスの場合と組成は近くなる。原因としては逆スパッタ等の効果が考えられる。

【0023】実施例2

次に最も H_c が大きくなった W 添加の場合に着目し、実施例1と同様な成膜条件にて W チップ数を4、6、8、10、12のように変えて、磁気特性、膜組成および結晶構造の変化を調べた。

【0024】（1）磁気特性についての $NiAlW$ 下地膜の組成依存性

図5、図6、図7に $NiAl$ ターゲット上に W チップを4～12個載せた場合の $Glass/dc$ 約 $79 nm NiAl(0V)/rf$ 約 $20 nm CoCrPtB(0V)$ 膜について、それぞれ H_c 、 Brt および S^* を示す。 H_c は0チップの場合約 $1700 Oe$ の値をとる、 $W6 \sim 10$ チップにおいて極大を示し約 $3400 Oe$ の値をとる、12チップの場合はそれよりやや減少する傾向がある。 Brt 、 S^* はチップ構成に大きく依存せず、それぞれ約 $120 G\mu m$ 、 0.88 である。

【0025】以上の結果から、非磁性体金属下地層の組成の望ましい範囲は $Ni0.05 \sim 0.3 at. \%$ 、 $Al0.65 \sim 0.96 at. \%$ 、 $W0.01 \sim 0.08$

$at. \%$ である。 Ta 、 Hf 、 Mo 、 Cr 、 Zr および Nb の望ましい組成範囲は W と同様である。

【0026】図8に回転ヒステリシス損失（トルク解析）より求めた H_p と H_{KG} の比（ H_p/H_{KG} ）について、 $NiAlW$ 組成依存性を示す。ここで H_p はレマネンスコーシビティ（不可逆な磁化反転によって定まる抗磁力）であり、回転ヒステリシス損失のピークの磁界によって定まる量である。 H_{KG} は回転ヒステリシス損失が消失する磁界であり、結晶粒内の異方性磁界にほぼ一致する。 H_{KG} は結晶粒の配向および粒内の磁化反転機構に依存しない。 $W0$ チップから W チップ数が増加するに従って H_p/H_{KG} が増加し、 $W8$ チップにおいて極大値 0.45 をとり、それからさらに W チップを増加させると H_p/H_{KG} が減少する。 $W8$ チップの場合において H_p/H_{KG} が高くなっており、このことは結晶粒間の磁気的な結合が弱いこと、すなわち磁気的な孤立度が高いことを示す。

【0027】（2）結晶構造解析との相関

図9に $W8$ チップの場合の $\theta - 2\theta$ 法によるX線回折パターンを示す。同図では、 $NiAl(110)$ および $CoCrPtB(100)$ 面が膜面と平行に配向している。この $NiAl(110)$ および $CoCrPtB(100)$ 面の面間隔、 $dNiAl(110)$ 、 $dCoCrPtB(100)$ および $Ni(110)$ と $CoCrPtB(100)$ のX線回折ピークの半値幅FWHM— $NiAl(110)$ 、FWHM— $CoCrPtB(100)$ の W チップ数依存性を図9に示す。 $dNiAl(110)$ は0チップの場合約 2.046 \AA の値をとり、 W チップを加えていくと単調に増加し、8チップでは 2.071 \AA 、さらに12チップでは 2.081 \AA の値をとる。 $dCoCrPtB(100)$ は、0チップから12チップに変化するに従いほとんど変化しなかった。次に $NiAl(110)$ 半値幅は、0チップではピーク強度が低いことと $CoCrPtB(002)$ の重畳等から正確に測定されないが、4から12チップへとチップ数が増えるに従って単調に減少し 0.762 deg から 0.711 deg の値をとる。つまり $NiAl$ の粒径がやや大きくなっている、または格子歪みが小さくなっていると考えられる。一方、 $CoCrPtB(100)$ の半値幅は0チップの場合 0.756 deg の値をとり、8チップに増えると大きく減少し 0.621 deg の値をとり、12チップに増えるとやや増加し 0.647 deg の値をとる。8チップの場合において、 $CoCrPtB$ の粒径が最も大きい、または格子歪みが小さくなっていると考えられる。

【0028】図10における $dNiAl(110)$ およびFWHM— $CoCrPtB(100)$ 値を横軸に用いて、 H_c の値を、それぞれ図11、図12に示す。図13に示すように H_c は $dNiAl(110)$ の増加に伴い増加する傾向がある。図12に示すようにFWHM—

CoCrPtB (100) が減少するとHcが増加する傾向がある。つまり、dNiAl (110) がW添加により増加し、CoCrPtB層の結晶性が良くなり（結晶粒径が大きく、または格子歪みが小さくなり）、Hcが増加したと考えられる。

【0029】次にCoCrPtB膜の粒径について述べる。図13にGlass/dc50nmNiAl8W (0V) /dc15nmCoCrPtB (0V) の透過電顕 (TEM) 像 (倍率30万倍) を示すようにCoCrPtB粒子径は約100Åであった。Cr下地の場合との比較のために、成膜条件および磁性材料等が異なるが、図14にGlass/Cr/CoCrPtTaの場合の同じ倍率のTEM像を示す。Glass/Cr/CoCrPtTaの磁気特性はHc=2300Oe、Brt=100Gμmであり、従来の磁性材料を用いた場合では、粒径は先のNiAlW下地膜の場合の倍以上であった。なお、TEM観察からはW0チップとW8チップの場合とでは大きな差異はみられなかった。

【0030】実施例3

・基板バイアス効果

実施例2における、下地層成膜時の基板バイアス依存性について、述べる。主な成膜条件は実施例1および2と同様であるが、基板にはガラスを用い40nmCrを予め成膜し、一回大気に曝し、排気後、NiAl膜、CoCrPtB膜の成膜を行った。

【0031】図15、図16および図17にNiAlターゲット上にWチップを0、8個載せた場合のGlass/40nmCr/ (大気暴露) /dc約79nmNiAlZ (XV) /rf約16nmCoCrPtB (0V) 膜について、それぞれHc、BrtおよびS*の下地層成膜時の基板バイアス電圧依存性を示す。Hcはいずれの場合も、下地層成膜時の基板バイアス電圧の増加に伴い、単調に増加する。特に0チップの場合がW8チップの場合と比較して増加の割合が大きいが、W8チップの場合を上回ることではない。

【0032】BrtはW0チップの場合は下地層成膜時の基板バイアス印加電圧の減少に伴いやや減少する傾向があるが、W8チップの場合は基板バイアス印加電圧を変化させても大きな変化はみられなかった。S*はほぼ0.8から0.85の値をとる。

【0033】図18に、下地層成膜時の基板バイアス電圧を印加した試料および印加しない試料について、実施例2の場合と同様にθ-2θ法によるX線回折パターンから得られたdNiAl (110) を横軸にとり、縦軸にHc、HpおよびHkG値を示す。図18において、データ群A₁、およびA₂はそれぞれ図15～図17のG1./Cr/dc79NiAl (XV) /rf16CoCrPtB (0V) における基板バイアス電圧0Vおよび-200Vの場合である。一方、データ群B₁およびB₂はそれぞれG1./Cr/dc79NiAl8W

(XV) /rf16CoCrPtB (0V) の基板バイアス電圧0Vおよび-200Vの場合である。データ群A₁およびB₁は基板としてCrを成膜しないガラス基板を用い、基板バイアス電圧0Vの場合、すなわちそれぞれGlass/dc79NiAl (0V) /rf16CoCrPtB (0V) およびGlass/dc79NiAl8W (0V) /rf16CoCrPtB (0V) の場合である。さらに、データCはGlass/dc79NiAl12W (0V) /rf16CoCrPtB (0V) のHcを示す。

【0034】W0チップの場合とW8チップの場合ではガラス基板にCr薄膜を形成するといずれの場合もdNiAl (110) は低下し、それは下地Crの(110)面間隔、dCr (110)=2.033Å<dNiAl (110)の影響を受けたためと考えられる。その時Hcはいずれも増加しており、それはdNiAl (110)の変化とCr薄膜形成によるNiAl膜の成膜時およびCoCrPtB膜の成膜時の基板温度保温効果によると考えられる。基板加熱時間を長くした場合、Hcが増加することと同様と考える。次に、NiAlまたはNiAlW膜組成を一定とし基板バイアス電圧を印加すると、NiAlおよびNiAlW (G1./NiAl12W (0V)、G1./Cr/NiAl8W (-200V)) では同様Hcは増加するが、dNiAl (110) は前者では減少し、後者では増加する。G1./NiAl12W (0V) のdNiAl (110) は2.081Å、G1./Cr/NiAl8W (-200V) のdNiAl (110) は2.068Åであり、その差は0.013Åである。一方、NiAlの場合はその差は0.014Åであり、NiAlW膜の場合と近い値である。上層のCoCrPtB層との格子マッチングは、放射光を用いた平面内の磁性粒子の構造解析の結果、dCoCrPtB (002) は2.07366Åであり、一方dNiAl (110) は2.0362Å (ミスフィット1.8%)、dNiAl (110) は2.05182Å (ミスフィット1.1%) であり僅かに、NiAlWの方が優れる。しかし、基板バイアス電圧の印加またはCr膜形成の結果と必ずしも一致しておらず、Cr膜形成または基板バイアス印加は成膜雰囲気中の不純なガスを吸着するゲッター作用や、ガラス基板からの放出ガスを抑制する効果、下地層Ni, Al, W等逆スパッタの効果によりCoCrPtB膜中の磁気的な孤立度を上げることが原因と考えられる。同図より、下地膜としてNiAl膜を用いる場合とNiAlW膜を用いる場合とでは、基板バイアス印加による下地膜の格子歪みがまったく逆に生ずるにもかかわらず、すなわち、NiAl膜の場合はNiAl (110) の面間隔が減少し、NiAlW膜の場合には面間隔が増加するにもかかわらず、Hc等の磁気特性は同様に変化している。従って、W添加の効果は従来のNiAl膜の場合のHc導出とは異なるメ

カニズムに起因するものと考えられる。その原因としてはNiAl2元素に比較して、Wが添加された3元素の場合ではCoCrPtB膜を成膜する際のNiAlW下地膜中のWの表面拡散、Wの脱ガス効果（ゲッター作用）も付随すること等が考えられるが、決定的な要因は今のところ不明である。なお、図10、図11に示した結果と図18の結果を比較すると、NiAlW下地膜形成時のバイアス電圧の印加は、Wの量を増加させるのと同様の効果をもたらすことがわかる。

【0035】NiAlWはNiAlよりCoCrPtBとの格子マッチングに優れると考えられるので、この点 *

*を確かめるために以下の実験を行った。表2に示すように、NiAlW下地膜およびNiAl下地膜の形成条件を変えて磁気記録媒体を作製し、そのHcおよびCoCrPtBの(002)ピークの半値幅、FWHM-CoCrPtB(002)を測定した。表2中にはCr膜の有無、基板バイアス電圧以下の有無、以外に、参考として下地膜の厚さを変えた場合および磁性膜の形成に通常のrfスパッタ法でなくdcスパッタ法を採用した例も示してある。

【0036】

【表2】

試料番号	基体	NiAl(W) 膜の厚さnm	Wチップ個数	基板バイアス電圧(V)	磁性膜スパッタ方式	Hc(Oe)	FWHM-CoCrPtB(002)(度)
1	Gl./40nmCr	79	8	-200	rf	4311	2.0726
2	Gl./40nmCr	79	8	0	rf	3924	2.0726
3	Gl./40nmCr	35	8	0	rf	2508	2.0697
4	Gl.	79	8	0	rf	3196	2.0741
5	Gl.	35	8	0	rf	1664	2.0741
6	Gl./40nmCr	79	8	-200	dc	4119	2.077
7	Gl./40nmCr	79	8	0	dc	3700	2.08
8	Gl./40nmCr	79	0	-200	rf	4172	2.0712
9	Gl./40nmCr	79	0	0	rf	1943	2.0756
10	Gl./40nmCr	35	0	0	rf	1625	2.0712
11	Gl.	79	0	0	rf	1421	2.0741
12	Gl.	35	0	0	rf	1524	2.0814
13	Gl./40nmCr	79	0	-200	dc	3652	2.077
14	Gl./40nmCr	79	0	0	dc	1973	2.0785

【0037】図19は表2の結果を横軸にFWHM-CoCrPtB(002)を、縦軸にHcをとってグラフ化したものである。図19において、NiAlW下地膜は黒丸で、NiAl下地膜は白丸で示してあるが、全体の傾向として、FWHM-CoCrPtB(002)の減少と共にHcが増加している。そして、NiAlW下地膜はNiAl下地膜に比較してFWHM-CoCrPtB(002)が小さく、Hcが大きい。Cr膜の形成は、代表的なものを点線の矢印で示すように、Hcを増加させ、NiAl下地膜の場合はHcの増加と共にFWHM-CoCrPtB(002)を減少させる。バイアス電圧の印加は、代表的な例を実線の矢印で示すようにHcを増加させ、FWHM-CoCrPtB(002)を減少させる。これらのことから、NiAlW下地膜はNiAl下地膜よりCoCrPtB磁性膜との格子マッチングに優れており、さらに基板バイアス電圧の印加は前述したゲッター作用および下地膜の逆スパッタを促進しているため、CoCrPtB膜の結晶性が良くなった ※50

※（粒径が若干増加し、格子歪みが減少した）ことが考えられ、Hcの増加と良く一致する。

【0038】さらに、下地膜の厚さについて言えば、試料番号2と3、4と5、9と10、11と12の比較から明らかなように、35nmでは薄過ぎる。また、磁性膜形成のためのスパッタ方式は、試料番号1と6、2と8、8と13、9と14の比較から、rfスパッタが優れているといえることができる。

【0039】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、高い線記録密度を有し、低ノイズを維持しうる媒体を作製することができた。

【0040】またこのような高品質媒体を安定に量産することも可能となった。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来の磁気記録媒体の構成を示す模式的な断面図である。

【図2】NiAlX複合ターゲットを用いた場合の媒体

の磁気特性を示す図である。

【図3】NiAlX膜の組成の複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図4】NiAl下地膜およびNiAlW下地膜の組成の基板バイアス電圧依存性を示す図である。

【図5】HcのNiAlW複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図6】BrtのNiAlW複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図7】S*のNiAlW複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図8】Hp/HkG. のNiAlW複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図9】Gl. /NiAlW/CoCrPtB膜のX線回折パターンを示す図である。

【図10】X線回折測定結果の複合ターゲット条件依存性を示す図である。

【図11】HcのdNiAl(110)依存性を示す図である。

【図12】HcのFWHM-CoCrPtB(100)依存性を示す図である。

【図13】Glass/dc50nmNiAl(0V)/rf15nmCoCrPtB(0V)膜の透過電子顕微鏡写真である。

* 【図14】Glass/Cr/dcCr(-200V)/dcCoCrPtTa(-200V)膜の透過電子顕微鏡写真である。

【図15】NiAlWおよびNiAl膜のHcの下地層成膜時の基板バイアス依存性を示す図である。

【図16】NiAlWおよびNiAl膜のBrtの下地層成膜時の基板バイアス依存性を示す図である。

【図17】NiAlWおよびNiAlのS*の下地層成膜時の基板バイアス依存性を示す図である。

10 【図18】下地層成膜時の基板バイアス印加の有る場合および無い場合のHcのdNiAl(110)依存性を示す図である。

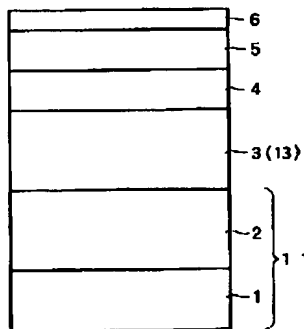
【図19】FWHM-CoCrPtB(002)とHcとの関係を示す図である。

【符号の説明】

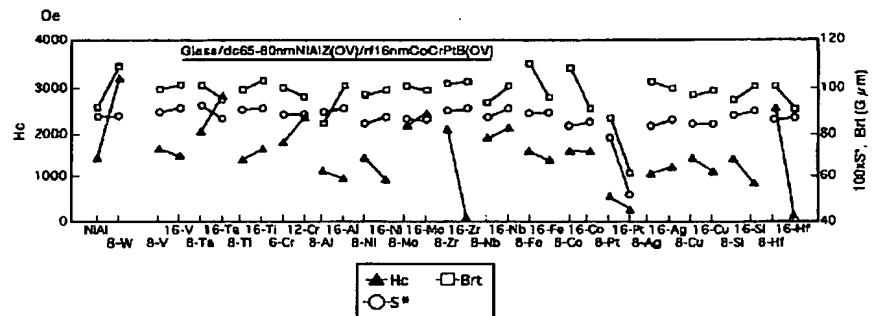
- 1 基板
- 2 第1下地層
- 3 第2下地層
- 4 磁性層
- 5 保護層
- 6 潤滑層
- 11 基本
- 13 非磁性金属下地層

*

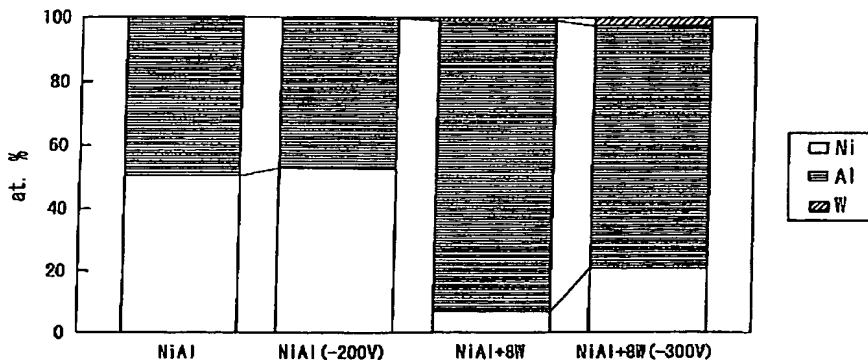
【図1】



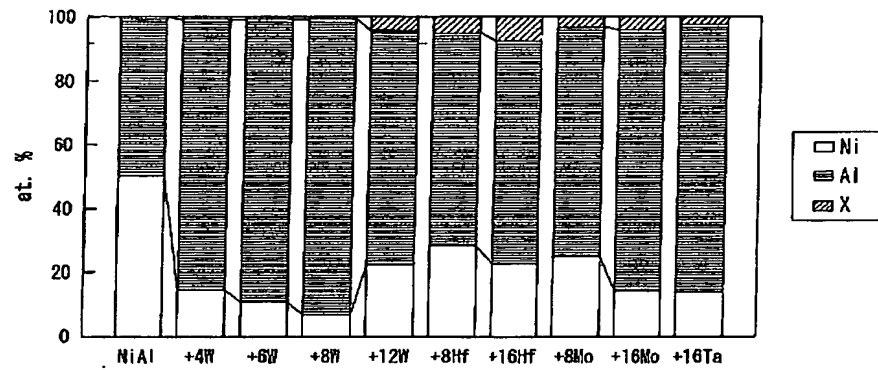
【図2】



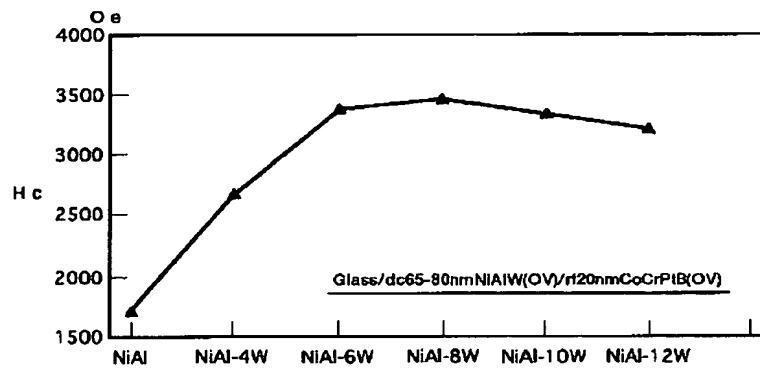
【図4】



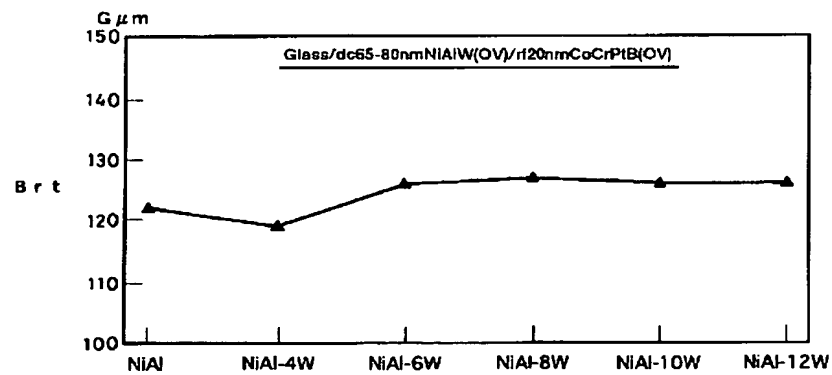
【図3】



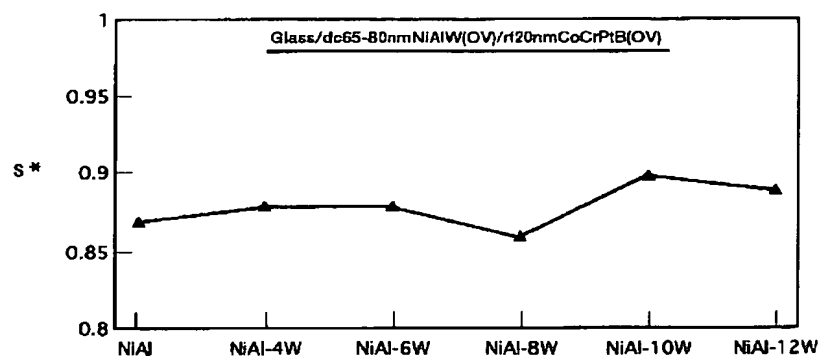
【図5】



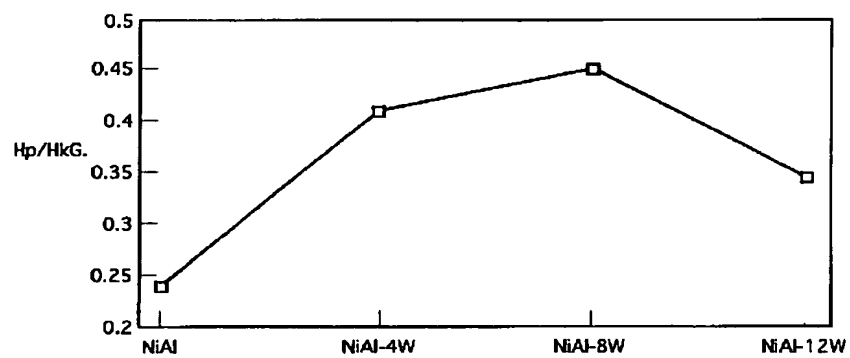
【図6】



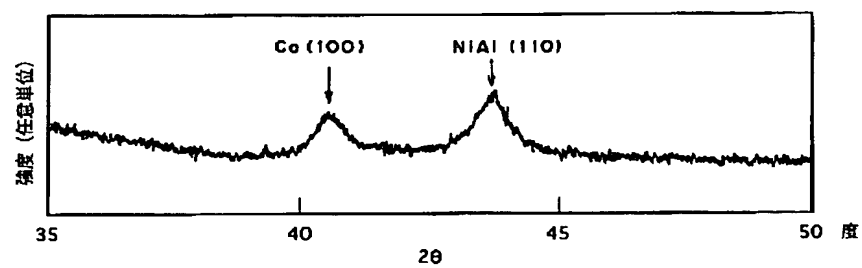
【図7】



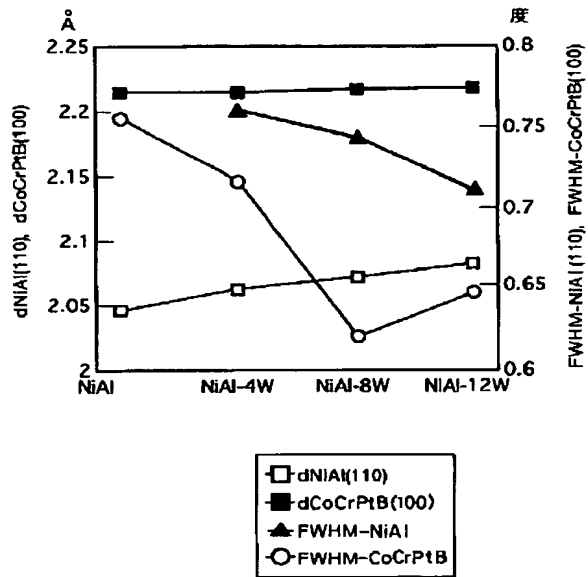
【図8】



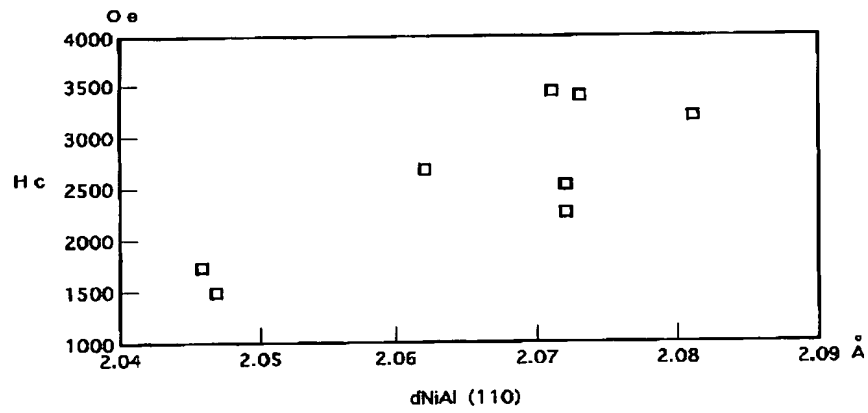
【図9】



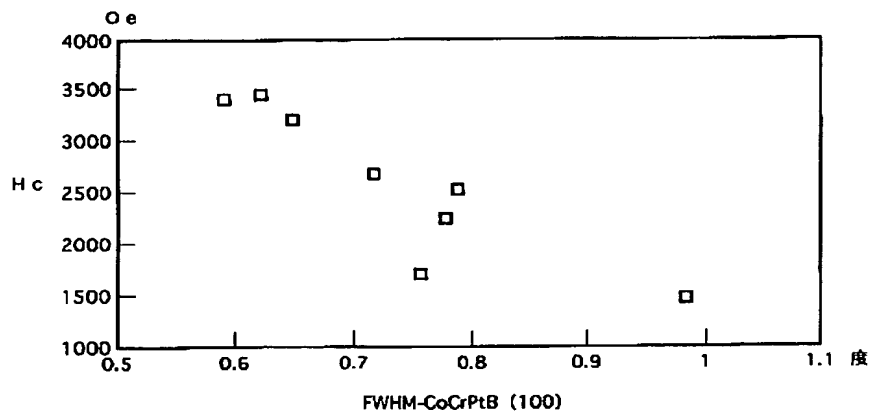
【図10】



【図11】



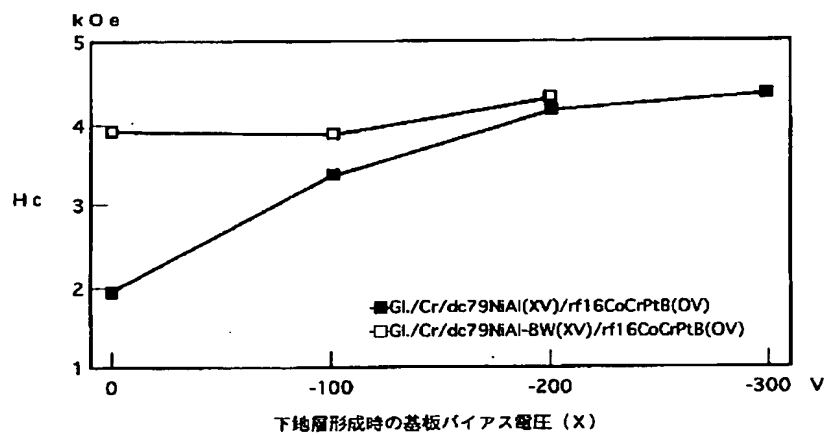
【図12】



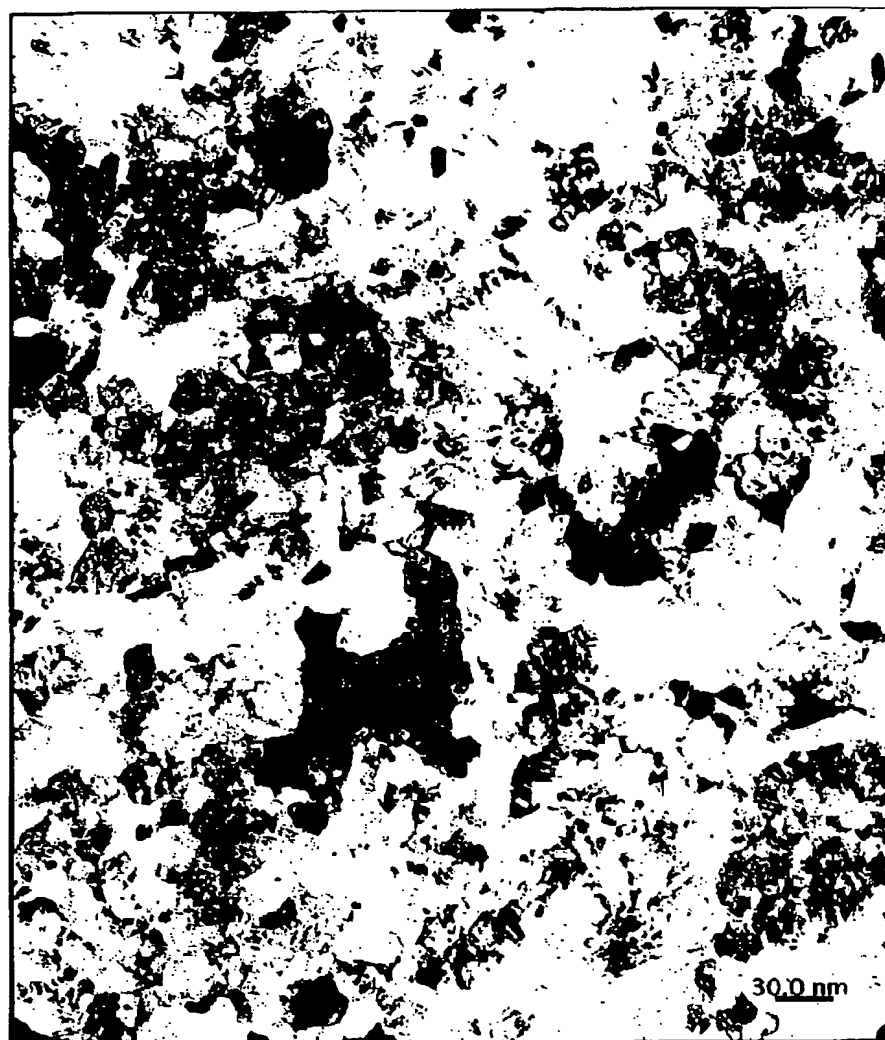
【図13】



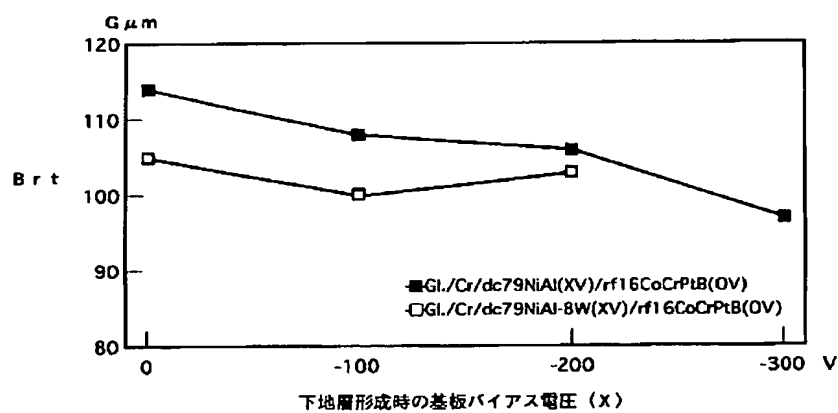
【図15】



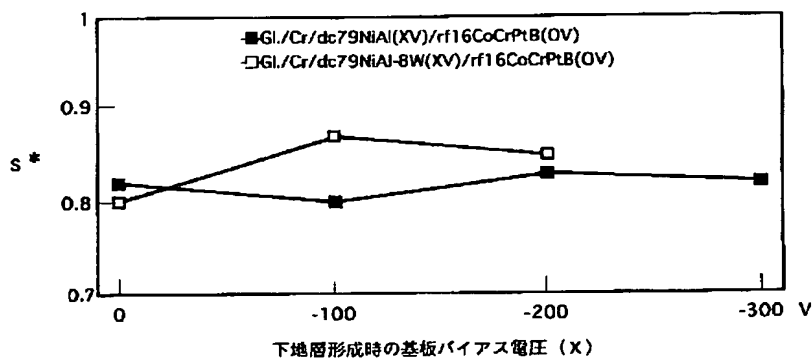
【図14】



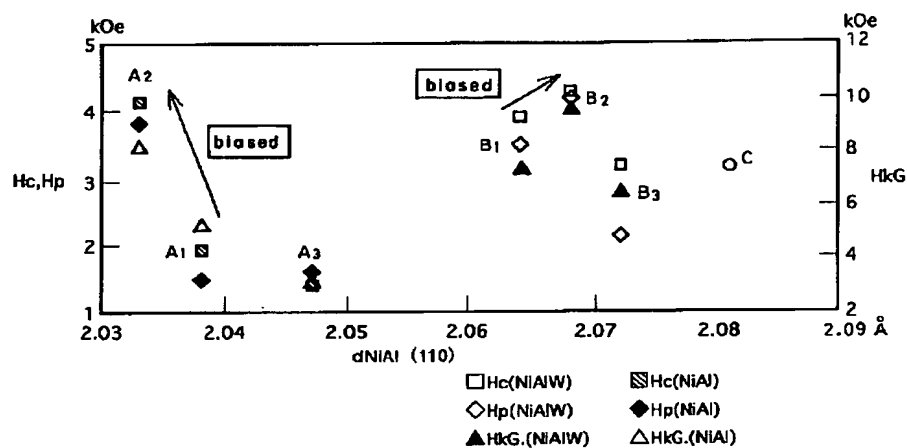
【図16】



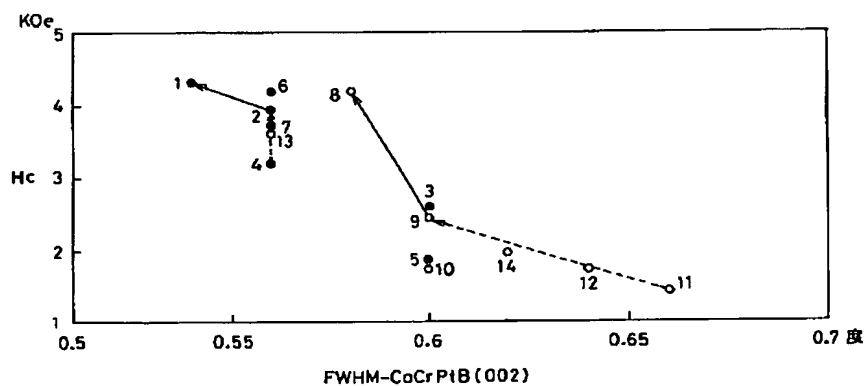
【図17】



【図18】



【図19】



フロントページの続き

(72)発明者 滝澤 直樹
神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号
富士電機株式会社内

(72)発明者 榎本 一雄
神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号
富士電機株式会社内